

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-052943

(43)Date of publication of application : 23.02.2001

(51)Int.Cl.

H01F 41/02

B22F 3/00

B22F 3/02

B22F 9/04

C04B 35/26

H01F 1/11

(21)Application number : 11-222673 (71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 05.08.1999 (72)Inventor : YAMAMOTO HIROSHI
KUBOTA YUTAKA
TAKAMI TAKASHI
OGATA YASUNOBU

(54) MANUFACTURE OF W-TYPE SR FERRITE MAGNET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To manufacture a W-type single-phase Sr ferrite magnet of high magnetic characteristics by coarse-crushing the calcined powder comprising composition of $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$, and then, in a fine grinding process, adding a metallic salt of fatty acid such as stearic acid Mg.

SOLUTION: The specified amount of SrCO_3 and $r\text{-Fe}_2\text{O}_3$ are mixed to provide $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5-9$) which is calcined at 1350°C in a nitrogen atmosphere before coarse crushing. The coarse powder is added with the metallic salt of fatty acid such as stearic acid Mg by 0.2-0.3 wt.% for wet fine grinding. At adding of the metallic salt of fatty acid, CaO, CaCO_3 , and SiO_2 , etc., are added as a baking assistant. At the addition, SiO_2 and CaO are so controlled as to be 0.3-0.5 wt.% and 0.75-0.5 wt.%, respectively. The provided fine powder is molded in a magnetic field and then dried and baked to provide an W-type Sr ferrite magnet.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision
of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-52943

(P2001-52943A)

(43)公開日 平成13年2月23日(2001.2.23)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
H 0 1 F 41/02		H 0 1 F 41/02	G 4 G 0 1 8
B 2 2 F 3/00		B 2 2 F 9/04	C 4 K 0 1 7
	3/02		E 4 K 0 1 8
	9/04	3/00	F 5 E 0 4 0
		3/02	R 5 E 0 6 2
審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 11 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願平11-222673

(22)出願日 平成11年8月5日(1999.8.5)

(71)出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72)発明者 山元 洋

東京都杉並区本天沼2-1-13

(72)発明者 久保田 裕

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料研究所内

(72)発明者 高見 崇

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料研究所内

(74)代理人 100080001

弁理士 筒井 大和 (外2名)

最終頁に続く

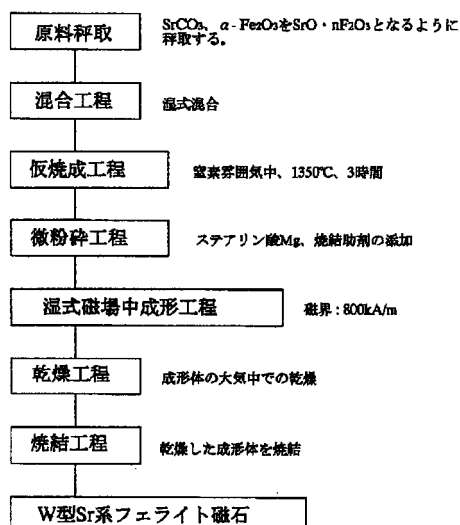
(54)【発明の名称】 W型S r系フェライト磁石の製造方法

(57)【要約】

【課題】 高い磁気特性を有するW型S r系フェライト磁石の製造に繋がる新規な還元剤を提供すること。

【解決手段】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5 \sim 9$) で組成が表される仮焼粉の粗粉に、例えばステアリン酸Mgなどの脂肪酸の金属塩を添加して微粉砕することにより、高い磁気特性のW型S r系フェライト磁石の製造ができる。

図 1



【特許請求の範囲】

【請求項1】 W型Sr系フェライト磁石の製造方法であって、

$\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5 \sim 9$) で組成が表される仮焼粉を粗粉碎する粗粉碎工程と、

前記粗粉碎工程で得られた粗粉に脂肪酸の金属塩を添加して湿式微粉碎する微粉碎工程と、

前記微粉碎工程で得られた微粉を磁場中で成形する湿式磁場中成形工程と、

前記湿式磁場中成形工程で得られた成形体を乾燥する乾燥工程と、

前記乾燥工程で乾燥された成形体を焼結する焼結工程とを有することを特徴とするW型Sr系フェライト磁石の製造方法。

【請求項2】 請求項1記載のW型Sr系フェライト磁石の製造方法において、

前記脂肪酸の金属塩では、Ca、Mg、Al、Znの少なくともいずれかの金属の金属塩であることを特徴とするW型Sr系フェライト磁石の製造方法。

【請求項3】 請求項1または2記載のW型Sr系フェライト磁石の製造方法において、

前記脂肪酸の金属塩は、ステアリン酸の金属塩であることを特徴とするW型Sr系フェライト磁石の製造方法。

【請求項4】 請求項1記載のW型Sr系フェライト磁石の製造方法において、

前記微粉碎工程では、前記粗粉に対して、前記脂肪酸の金属塩としてステアリン酸Mgが0.2～0.3重量%、焼結助剤としての SiO_2 が0.3～0.5重量%、CaOが0.75～0.5重量%それぞれ添加されていることを特徴とするW型Sr系フェライト磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高い磁気特性を有するW型単相のSr系フェライト磁石の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 フェライト磁石は、コストパフォーマンス、耐環境性等に優れているため、電装用モータ等の各種磁石応用製品に多用されている。特に、昨今の磁石応用製品の小型軽量化のニーズに伴い、かかるフェライト磁石のさらなる小型化、高性能化が求められている。

【0003】 高い磁気特性のM型焼結フェライト磁石を得るためには、①フェライト結晶粒径を単磁区粒径に近づけること（保磁力： H_c の向上が図れる）、②フェライト結晶粒を磁気異方性方向に揃えること（残留磁束密度： B_r の向上が図れる）、③高密度であること（ B_r の向上が図れる）が重要である。

【0004】 上記①～③を達成するためには、焼結前の微粉碎粒子の大きさを単磁区粒子径以下にし、かつ磁場

中成形時の成形配向度を向上させ、さらに適性な温度で焼結することが必要となる。

【0005】 M型フェライト磁石の高性能化への努力は、かかる改善手段を通して続けられてきた。その結果、M型磁石の磁気特性は次第にその上限に近づきつつあるように思われる。

【0006】 従って、さらに高い磁気特性のフェライト磁石を得るためには、現状のM型フェライトを超える高い磁気特性の実現可能な新たなフェライト磁石の開発が必要である。

【0007】 飽和磁化の大きなフェライト磁石材料としては、M型フェライト以外にも、W型、X型、Y型などのフェライトが知られている。これらの特徴は、M型フェライト構造中には存在しない2価金属イオン（ Fe^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} などの遷移金属イオン）を含む点である。

【0008】 特に、M型より約10%高い飽和磁化を有し、かつM型と同程度の異方性磁界を示す可能性を有するW型フェライトが、近年、新しい磁石材料として注目されている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】 上記W型フェライトでは、その構造中に含まれる2価の鉄（ Fe^{2+} ）の存在量の制御が大きく磁気特性に影響を及ぼす。そのため、W型フェライトの製造工程においては、仮焼、焼成雰囲気などの緻密な制御が求められている。容易に酸化されやすい2価の鉄の存在量の制御手段としては、還元剤の添加が提案されている。

【0010】 本発明の目的は、還元剤を添加して2価の鉄の存在量を制御するW型フェライト磁石の製造方法において、高い磁気特性を有するW型フェライト磁石の製造に繋がる新規な還元剤を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明は、W型Sr系フェライト磁石の製造方法であって、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5 \sim 9$) で組成が表される仮焼粉を粗粉碎する粗粉碎工程と、前記粗粉碎工程で得られた粗粉に脂肪酸の金属塩を添加して湿式微粉碎する微粉碎工程と、前記微粉碎工程で得られた微粉を磁場中で成形する湿式磁場中成形工程と、前記湿式磁場中成形工程で得られた成形体を乾燥する乾燥工程と、前記乾燥工程で乾燥された成形体を焼結する焼結工程とを有することを特徴とする。

【0012】 前記脂肪酸の金属塩では、Ca、Mg、Al、Znの少なくともいずれかの金属の金属塩であることを特徴とする。前記脂肪酸の金属塩は、ステアリン酸の金属塩であることを特徴とする。

【0013】 前記微粉碎工程では、前記粗粉に対して、前記脂肪酸の金属塩としてステアリン酸Mgが0.2～0.3重量%、焼結助剤としての SiO_2 が0.3～

0.5重量%、CaOが0.75~0.5重量%それぞれ添加されていることを特徴とする。

【0014】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5 \sim 9$) となるように所定量の SrCO_3 、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ を混合して、窒素雰囲気中で1350℃で仮焼し、その後粗粉碎する。粗粉碎により得られた粗粉に、例えば、ステアリン酸Mgなどの脂肪酸の金属塩を0.2~0.3重量%添加して湿式で微粉碎する。

【0015】ステアリン酸Mgの添加量が0.2重量%未満では、得られるSr系フェライト磁石がW型単相とならない場合がある。0.3重量%以上の場合には、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ の値が低下する。そのため、W型単相で、実用的な範囲の高い磁気特性のSr系フェライト磁石の製造には、ステアリン酸Mgの添加量は0.2~0.3重量%の範囲が好ましい。より好ましくは、0.2重量%である。

【0016】上記脂肪酸の金属塩の添加に際しては、CaO、 CaCO_3 、 SiO_2 などを焼結助剤として添加すればよい。添加に際しては、例えば、 SiO_2 とCaOの配合比を、 SiO_2 で0.3~0.5重量%、CaOで0.75~0.5重量%となるように制御することにより、得られるSr系フェライト磁石をW型単相とすることができる。

【0017】 SiO_2 の添加量が0.3重量%未満、あるいは0.5重量%より大きいと、W型単相のSr系フェライト磁石は得られない。CaOの添加量が、0.75重量%未満、あるいは0.5重量%を越えると、W型単相のSr系フェライト磁石は得られない。CaOの代わりに CaCO_3 を用いた場合も同様である。

【0018】得られた微粉碎粉を磁場中成形し、その後乾燥して焼結する。乾燥温度および焼結温度を制御することにより、W型単相のSr系フェライト磁石を製造することができる。例えば、ステアリン酸Mgの添加量などを上記範囲に設定した場合には、湿式磁場中成形後の成形体の乾燥を大気中200℃で行えば、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ が高いW型単相のSr系フェライト磁石が得られる。焼結温度を1175℃に設定すれば、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ を最大とすることもできる。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を実施例に基づいて詳細に説明する。

【0020】本発明は、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5 \sim 9$)で組成を有する仮焼粉を粗粉碎し、その後の微粉碎過程でステアリン酸Mgなどの脂肪酸の金属塩を添加することにより、高い磁気特性のW型単相のSr系フェライト磁石を製造する方法である。かかる製造方法における最適条件について、以下のように検証した。

【0021】(実施例1)図1に示すように、原料として SrO_3 と $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ とを使用して、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5 \sim 9$)となるように所定量秤取

して混合した。混合に際しては、ボールミルで湿式混合とした。その後、49MPaのプレス圧で、 $\phi 36\text{mm} \times 7\text{mm}$ の円柱状成形体を圧縮成形し、さらに酸素分圧約 $1.5 \times 10^{-3}\text{atm}$ (15ppm)の窒素雰囲気中、1350℃で仮焼成した。

【0022】1350℃で仮焼成した成形体は、図2に示すように、 $n=8.5, 9.0$ の双方で、W型単相であることがX線回折パターンにより確認された。W型単相であることが確認された上記成形体を、150 μm 以下に粗粉碎し、得られた粗粉をさらに微粉碎した。

【0023】上記微粉碎に際しては、還元剤としてのステアリン酸Mgと、焼結助剤としてのCaOを0.5重量%、 SiO_2 を0.5重量%それぞれ添加した。粗粉にステアリン酸Mg、 SiO_2 、 CaCO_3 をそれぞれ添加したものを振動ミルにかけて、平均粒径が0.8~0.4 μm になるまで湿式微粉碎した。粉碎は、8時間行った。なお、ステアリン酸Mgの添加量の影響を調べるため、0.1重量%、0.2重量%、0.3重量%の割合でステアリン酸Mgの添加量を変化させた微粉碎粉をそれぞれ調製した。

【0024】上記要領で調製したスラリー状の微粉碎粉を、湿式磁場中成形した。成形に際しては、800kA/mの磁界中(縦磁場)、196MPaで $\phi 13\text{mm} \times 11 \sim 13\text{mm}$ の円柱状に成形した。

【0025】磁場中成形された成形体を、大気中200℃で5時間乾燥し、その後窒素雰囲気中焼結してW型単相のSr系フェライト磁石を作成した。焼結温度による影響を調べるため、1150℃、1175℃、1200℃のそれぞれの焼結温度でSr系フェライト磁石を作成した。

【0026】図3は、上記要領で作成したSr系フェライト磁石において、最大エネルギー積： $(\text{BH})_{\text{max}}$ 、最大印加磁界10kOeにおける磁束密度： J_m 、固有保磁力： H_{ci} 、保磁力： H_{cs} のそれぞれについて、ステアリン酸Mgの添加量、および焼結温度の影響を示している。なお、上記磁気特性は、高感度自記磁束計により測定した。図3から、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ で $n=8.5$ の場合には、焼結温度が1175℃の場合に、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ が最大になることが分かる。

【0027】また、ステアリン酸Mgの添加量の影響については、1150℃、1175℃、1200℃のいずれの焼結温度でも、0.2重量%の添加で最大となり、次いで0.1重量%、0.3重量%の順に低下することがわかる。

【0028】 $n=9.0$ の場合にも、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ は1175℃で最大となり、ステアリン酸Mgの添加量は、0.2重量%、0.3重量%、0.1重量%の順に幾分か低くなる事が分かる。焼結温度1150℃、1200℃では、ステアリン酸Mgの添加量の影響は、0.3重量%の添加が最大で、0.1重量%、0.2重量%の

順で低下することが分かる。

【0029】上記各焼結温度で作成されたSr系フェライト磁石については、図4に示すX線回折パターンからも分かるように、1150℃では、 $n=8, 5, 9, 0$ の双方で、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の存在を示すピークが見られ、1175℃～1200℃の範囲でW型単相になっていることが分かる。

【0030】以上の結果から、ステアリン酸Mgを還元剤として使用する上記方法で製造されるW型単相のSr系フェライト磁石では、(BH) $_{\text{max}}$ を最大にする温度は1175℃であることが分かる。

【0031】(実施例2)次に、(BH) $_{\text{max}}$ が最大となる焼結温度1175℃におけるステアリン酸Mgの添加量の影響について調べた。焼結温度を1175℃とし、ステアリン酸Mgの添加量を0～0.3重量%の範囲で変化させた以外は、使用原料、仮焼成条件、粉碎粒径、焼結助剤の添加割合、磁場中成形後の乾燥温度などの条件を前記実施例1で説明したと同様にしてSr系フェライト磁石を作成し、図5にその磁気特性を示した。

【0032】図5からは、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ の $n=8, 5, 9, 0$ の双方で、図3に示すように、ステアリン酸Mgの添加量を0.2重量%としたときに、(BH) $_{\text{max}}$ の値が最大となることが分かった。このようにして得られたSr系フェライト磁石についてX線回折を行った結果、 $n=8, 5, 9, 0$ の双方で、0.2重量%、0.3重量%の添加量でW型単相が得られることが分かった。0重量%（すなわち、無添加の場合）、0.10重量%では、M型、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ のピークが観察され、W型単相ではないことが確認された。

【0033】かかる結果から、W型単相のSr系フェライト磁石の製造には、少なくともステアリン酸Mgの添加量を、0.2～0.3重量%の範囲内で調整すればよいことが分かる。

【0034】(実施例3)次に、湿式磁場中成形後の成形体の乾燥温度の影響について調べた。焼結助剤のCaOと SiO_2 の混合割合をそれぞれ0.75重量%、0.30重量%とし、乾燥温度を20～250℃までの範囲で変化させた以外は、使用原料、仮焼成条件、粉碎粒径、焼結助剤の添加割合、磁場中成形後の乾燥温度などの条件を前記実施例1で説明したと同様にしてSr系フェライト磁石を作成し、図6に示すように、その磁気特性の変化を調べた。

【0035】図6からは、乾燥温度200℃で、(BH) $_{\text{max}}$ が最大となることが分かる。併せて、X線回折の結果からは、乾燥温度200℃でW型単相を示すことが確認された。

【0036】この結果、W型単相の高い磁気特性を有するSr系フェライト磁石の製造には、湿式磁場中成形後の成形体の乾燥温度を大気中、200℃に設定することが好ましい。

【0037】(実施例4)乾燥温度を上記実施例3で検証したように200℃に設定した上で、図7に示すように、乾燥時間の影響について調べた。図7から、(BH) $_{\text{max}}$ は、乾燥時間5時間で最大(4.3MGOe)となることが分かる。乾燥時間1～3時間の間に(BH) $_{\text{max}}$ は急激な上昇を示し、3時間で約4MGOeの値になることが確認される。併せて、乾燥時間を上記要領で変化させた場合におけるSr系フェライト磁石のX線回折では、乾燥時間1、3時間ではW型単相が確認できるが、それ以外の1時間、7時間では、 Fe_2O_3 、あるいは $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ のピークが観察された。

【0038】この結果、W型単相の高い磁気特性を有するSr系フェライト磁石の製造には、湿式磁場中成形後の成形体の乾燥に際しては、大気中、200℃で、3～5時間、より好ましくは5時間に設定すればよいことが分かる。

【0039】(実施例5)次に、焼結温度の影響について調べた。焼結助剤のCaOと SiO_2 の混合割合をそれぞれ0.75重量%、0.30重量%、乾燥温度を200℃、5時間の条件で、その他の条件は前記実施例1と同様にして、焼結温度を1125～1200℃まで変化させて、図8に示すように、その磁気特性に対する影響について調べた。

【0040】図8からは、焼結温度が1125℃～1175℃の範囲では、(BH) $_{\text{max}}$ の値は高く維持されてそれ程大きな変化は見られないが、1175～1200℃にかけて大きく低下することが確認された。

【0041】1125℃、1150℃、1175℃、1200℃の各焼結温度では、図9に示すように、W型単相であることがX線回折パターンにより確認できる。図9に示す場合は、 $n=8, 5$ であるが、 $n=9, 0$ の場合にも、これら各温度でW型単相であることが確認された。

【0042】この結果、湿式磁場中成形後に、200℃、5時間で乾燥した成形体は、1125～1175℃の温度で焼結させれば、(BH) $_{\text{max}}$ が約4MGOe以上のW型単相のフェライト磁石の製造ができることが分かる。

【0043】(実施例6)次に、焼結助剤のCaO、 SiO_2 の添加割合の影響について調べた。粗粉碎粉の仮焼成条件を窒素雰囲気中1350℃で3時間とし、ステアリン酸Mgの添加量を0.2重量%とし、焼結温度を1150℃、1175℃、1200℃とし、湿式磁場中成形後の乾燥条件を大気中200℃で5時間とした。かかる条件下で、焼結助剤の添加割合を、 $\text{SiO}_2 : \text{CaO} = 0 : 0$ （双方無添加）、0.30 : 0.75、0.50 : 0.50、0.75 : 0.30と変化した。

【0044】上記条件で得られたSr系フェライト磁石の磁気特性は、図10に示すように、焼結助剤を添加した場合の方が、無添加の場合に比べて、(BH) $_{\text{max}}$ な

どの磁気特性は大きいことが分かる。特に、 $\text{SiO}_2 : \text{CaO} = 0.30 : 0.75$ (重量%) の場合に最大となり、さらにこの焼結助剤の配合割合では、焼結温度を 1150°C に設定した場合に $(\text{BH})_{\text{max}}$ が最大となることも分かる。

【0045】併せて、図11に示すように、焼結温度を 1150°C に設定した場合におけるX線回析パターンからは、 $\text{SiO}_2 : \text{CaO} = 0.30 : 0.75$ (重量%)

表1

ステアリン酸 Mgの添加量 (重量%)	SrO・8.5Fe ₂ O ₃ 焼結温度(°C)			SrO・9Fe ₂ O ₃ 焼結温度(°C)		
	1150	1175	1200	1150	1175	1200
0	M, α	M, α	M, α	M, α	M, α	M, α
0.1	W, M, α	W, α	W	W, M, α	W, α	W, α
0.2	W, α	W	W	W, α	W	W
0.3	W	W	W	W	W	W

W: W-相
M: M-相
 α : α -Fe₂O₃-相

仮焼成条件: $1350^\circ\text{C} \times 3.0\text{h}$ in N₂
乾燥条件: $200^\circ\text{C} \times 5.0\text{h}$ in air

焼結条件: 1.5h in N₂
 $\text{SiO}_2 : \text{CaO} = 0.50 : 0.50$ (重量%)

【0047】表1は、以上の各実施例の結果に基づき、仮焼成条件を窒素雰囲気中 1350°C で3時間、磁場中成形後の乾燥条件を大気中 200°C で5時間、焼結条件を窒素雰囲気中1.5時間として、焼結助剤の配合割合を $\text{SiO}_2 : \text{CaO} = 0.5 : 0.5$ (重量%) とした場合におけるW型単相のSr系フェライト磁石の生成における焼結温度とステアリン酸Mgの添加量との影響についてまとめたものである。

【0048】表1から、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n = 8.5, 9$) では、ステアリン酸Mgの添加量が0.1重量%以上、0.2重量%未満の範囲では、焼結温度1

*%) の場合には、W型単相となることが確認された。それ以外の上記配合割合では、X線回析パターン中にFe, O, α -Fe₂O₃ のピークが観察された。なお、図11では、 $n = 9.0$ の場合について示したが、 $n = 8.5$ の場合についても同様の結果が得られている。

【0046】

【表1】

200°Cで得られるSr系フェライト磁石がW型単相となることが分かる。ステアリン酸Mgの添加量が、0.2重量%以上、0.3重量%未満では、少なくとも $1175 \sim 1200^\circ\text{C}$ の範囲で、W型単相のSr系フェライト磁石が得られることが分かる。ステアリン酸Mgの添加量が、0.3重量%では、少なくとも $1150 \sim 1200^\circ\text{C}$ の温度範囲で、W型単相のSr系フェライト磁石が得られることが分かる。

【0049】

【表2】

表 2

SiO ₂ :CaO (重量%)	W:W-相				α : α -Fe ₂ O ₃ -相				S:スピネル相(Fe ₃ O ₄)			
	SrO・8.5Fe ₂ O ₃ 焼結温度(°C)				SrO・9Fe ₂ O ₃ 焼結温度(°C)							
	1125	1150	1175	1200	1125	1150	1175	1200				
0,0	W, α	W, α	W, α	W, α	W, α	W, α	W, α	W, α				
0.30:0.75	W	W	W	W	W	W	W	W				
0.50:0.50	W, α	W, α	W	W	W, α	W, α	W	W				
0.75:0.30	W,S	W,S	W,S	W,S	W, α ,S	W, α ,S	W, α	W, α				

仮焼成条件: 1350°C×3.0h in N₂
乾燥条件: 200°C×5.0h in air

焼結条件: 1.5h in N₂
ステアリン酸Mg添加量: 0.20重量%

【0050】表2は、以上の各実施例の結果に基づき、仮焼成条件を窒素雰囲気中1350°Cで3時間、磁場中成形後の乾燥条件を大気中200°Cで5時間、焼結条件を窒素雰囲気中1.5時間として、ステアリン酸Mgの添加量を0.2重量%とした場合におけるW型単相のSr系フェライト磁石の生成における焼結助剤の配合割合と焼結温度との影響についてまとめたものである。

【0051】表2からは、SiO₂:CaO=0.30~0.50(重量%):0.75~0.50(重量%)の割合で焼結助剤を添加した場合には、焼結温度が1175~1200°Cの範囲で、W型単相のSr系フェライト磁石が得られることが分かる。特に、SiO₂:CaO=0.30:0.75(重量%)の割合で添加した場合には、焼結温度1150~1200°Cの広い範囲でW型単相となる。

【0052】仮焼成条件を窒素雰囲気中1350°Cで3時間、焼結助剤の配合割合をSiO₂:CaO=0.30:0.75(重量%)、ステアリン酸Mgの添加量を

0.2重量%、磁場中成形後の乾燥条件を大気中200°Cで5時間、焼結条件を窒素雰囲気中1150°Cで1.5時間として得られるW型単相のSr系フェライト磁石について、飽和磁化(σ_s)、固有保磁力(H_{ci})の温度依存性を図12のグラフに示す。

【0053】図12から、温度の上昇に伴って、飽和磁化は略直線的に減少し、併せて固有保磁力は、約230°Cの付近でピークを示すことが分かる。図12に示す場合は、 $n=9.0$ の場合だが、 $n=8.5$ でも同様の傾向を示した。

【0054】なお、磁化の温度依存性の実験からは、キュリー温度に関しては、焼結助剤のSiO₂、CaOを0.30重量%、0.75重量%で添加した場合には、添加しない場合に比べて若干低下することが確認されている。なお、キュリー温度、および温度特性については、振動型磁力計(VSM)を使用して測定した。

【0055】

【表3】

表 3

$\text{Sr}^{2+}_{0.940}\text{Si}^{4+}_{0.053}\text{Ca}^{2+}_{0.188}\text{Mg}^{2+}_{0.001}\text{Fe}^{2+}_{1.388}\text{Fe}^{3+}_{15.812}\text{O}_{27}$ (SrO・9Fe ₂ O ₃ の分析値)		
磁気特性	$J_m(\text{T})$	0.475
	$J_r(\text{T})$	0.437
	$H_{ci}(\text{kA/m})$	203.88
	$H_{cb}(\text{kA/m})$	177.46
	$(\text{BH})_{\text{max}}(\text{kJ/m}^3)$	34.22
	$K_A(\times 10^5 \text{J/m}^3)$	3.40
	$H_A(\text{kA/m})$	1432.40
	$\sigma_s(\times 10^{-6} \text{Wb} \cdot \text{m/kg})$	98.19
	$\eta_B(\mu_B)$	31.0
密度	(Mg/m^3)	4.95
キュリー温度	$(^\circ\text{C})$	503.8
格子定数	$a(\times 10^{-10}\text{m})$	5.884
	$c(\times 10^{-10}\text{m})$	32.834
	c/a	5.580
分子量	M.W.	1484.1

ステアリン酸Mgの添加量: 0.20重量%
 $\text{SiO}_2:\text{CaO}:0.30:0.75$ (重量%)

仮焼成条件: $1350^\circ\text{C} \times 3.0\text{h}$ in N_2
 乾燥条件: $200^\circ\text{C} \times 5.0\text{h}$ in air
 焼結条件: $1150^\circ\text{C} \times 1.5\text{h}$ in N_2

【0056】表3には、図1のフローに示す各工程に沿って得られた $\text{SrO} \cdot 9\text{Fe}_2\text{O}_3$ 組成のW型Sr系フェライト磁石の磁気特性および物性についてまとめた。磁気特性としては、 J_m (T): 最大印加磁界10 kOeにおける磁束密度の最大値、 J_r (T): 残留磁束密度、 H_{ci} (kA/m): 固有保磁力、 H_{cb} (kA/m): 保磁力、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ (kJ/m³): 最大エネルギー積、 K_A ($\times 10^5$ J/m³): 異方性定数、 H_A (kA/m): 異方性磁界、 η_B (μ_B): 1分子当たりの磁化の大きさなどを磁気特性の項目として示した。物性としては、密度 (Mg/m³)、キュリー温度 (°C)、格子定数、分子量を示した。

【0057】なお、上記表3のW型Sr系フェライト磁石は、仮焼成条件: 窒素雰囲気中、 $1350^\circ\text{C} \times 3$ 時間、ステアリン酸Mgの添加量: 0.20重量%、焼結助剤の添加量: SiO_2 (0.30重量%)、CaO (0.75重量%)、湿式磁場中成形後の成形体の乾燥条件: 大気中、 $200^\circ\text{C} \times 5$ 時間、焼結条件: 窒素雰囲気中、 $1150^\circ\text{C} \times 1.5$ 時間の条件で製造されている。

【0058】以上の結果から、高い磁気特性を有するW型単相のSr系フェライト磁石の製造方法において、ス

テアリン酸Mgが微粉砕工程で添加する還元剤として有効であることが確認された。

【0059】かかるステアリン酸Mgの添加量は、0.2重量%で最大の磁気特性が得られることが確認された。

【0060】ステアリン酸Mgの添加に際しては、焼結助剤として SiO_2 とCaOとを、0.30:0.75 (重量%)割合で添加することがより好ましいことが確認された。

【0061】以上の説明では、ステアリン酸Mgを還元剤として添加した場合について説明したが、ステアリン酸Znについても、ステアリン酸Mgと同様の結果が得られている。例えば、添加量0.1重量%、焼結温度 1150°C 、0.5~1.5時間程度で、 H_{ci} が約2.5 kOe、 B_r が約4.3 kOe、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ が約4 MGoeとなることが確認されている。

【0062】さらに、上記Zn塩以外にも、Al塩、Ca塩についても、同様に有効な結果が得られている。前記説明では、還元剤としてステアリン酸Mgを単独で使った場合についてのみ説明したが、高い磁気特性のW型単相が得られれば、他の還元剤と併用するようにしてもよい。

【0063】

【発明の効果】本発明によれば、M型フェライト磁石より高い磁気特性を有するW型単相のフェライト磁石の製造方法において、従来とは異なる還元剤を使用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態のW型Sr系フェライト磁石の製造方法の各工程を示すフロー図である。

【図2】(a)、(b)は、仮焼成した $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5, 9$)のX線回折パターンである。

【図3】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5, 9$)なるSr系フェライト磁石の各焼結温度における磁気特性を示すグラフである。

【図4】(a)～(f)は、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5, 9$)なるSr系フェライト磁石の各焼結温度におけるX線回折パターンである。

【図5】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5, 9$)なるSr系フェライト磁石の磁気特性におけるステアリン酸Mgの添加量の影響を示すグラフである。

【図6】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=9$)なるSr系フェライト磁石の磁気特性における湿式磁場中成形後の成*

* 形体の乾燥温度の影響を示すグラフである。

【図7】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=9$)なるSr系フェライト磁石の磁気特性における湿式磁場中成形後の成形体の乾燥時間の影響を示すグラフである。

【図8】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5, 9$)なるSr系フェライト磁石の磁気特性における焼結温度の影響を示すグラフである。

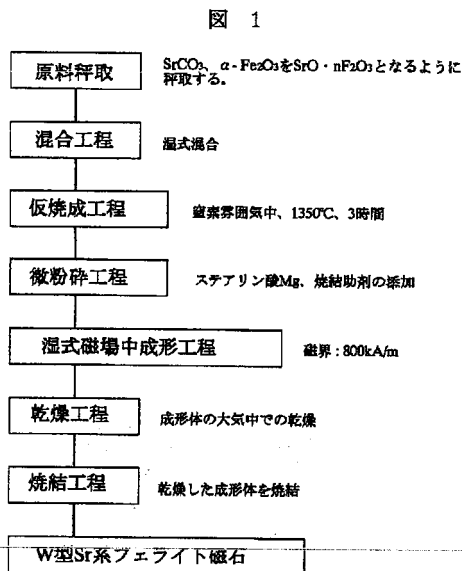
【図9】(a)～(d)は、各焼結温度における $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=8.5$)なるSr系フェライト磁石のX線回折パターンである。

【図10】 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=9$)なるSr系フェライト磁石の磁気特性における焼結助剤の添加量の影響を示すグラフである。

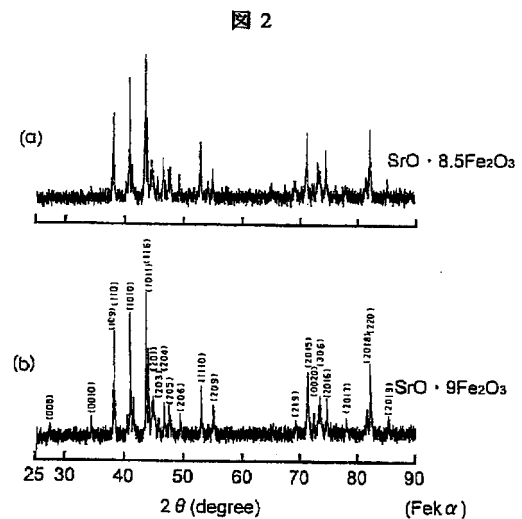
【図11】(a)～(d)は、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=9$)なるSr系フェライト磁石の磁気特性における焼結助剤 SiO_2 と CaO の配合割合ごとのX線回折パターンである。

【図12】(a)、(b)は、 $\text{SrO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($n=9$)なるSr系フェライト磁石の磁気特性(σ 、 H_c)の温度依存性を示すグラフである。

【図1】

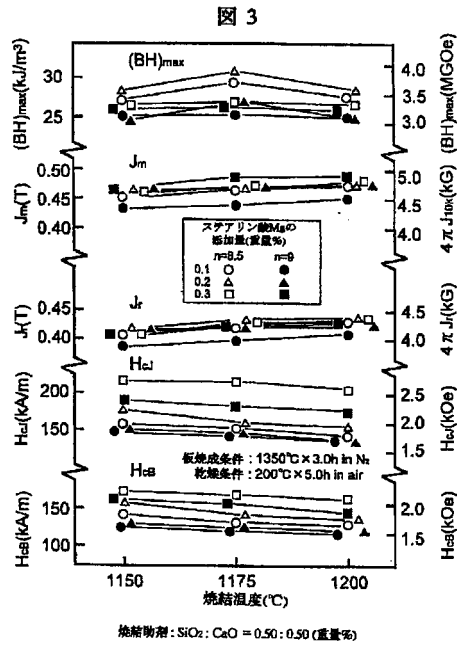


【図2】

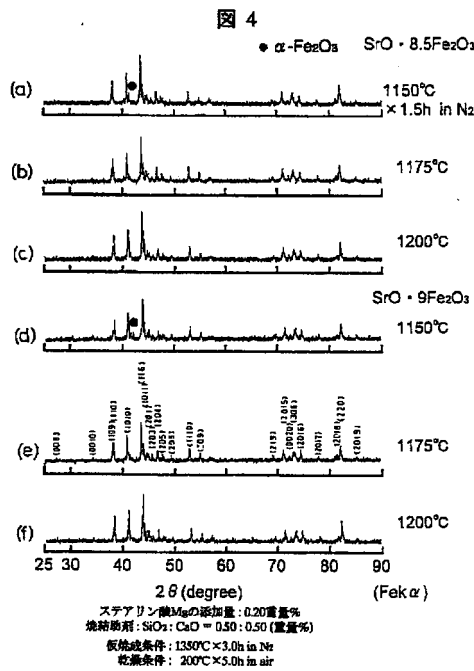


仮焼成条件: 1350℃×3.0h in N_2

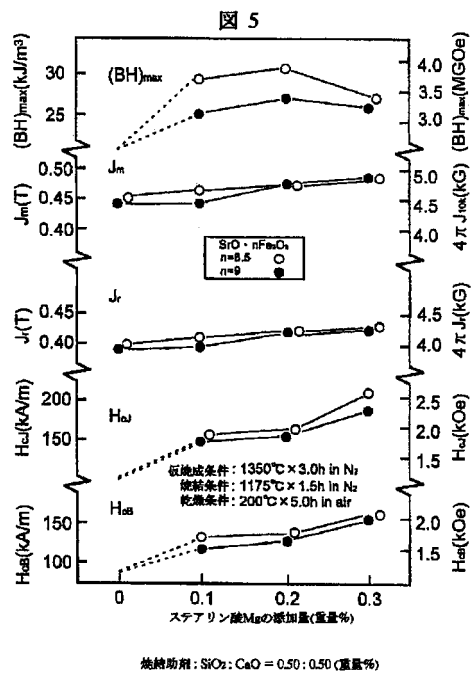
【図3】



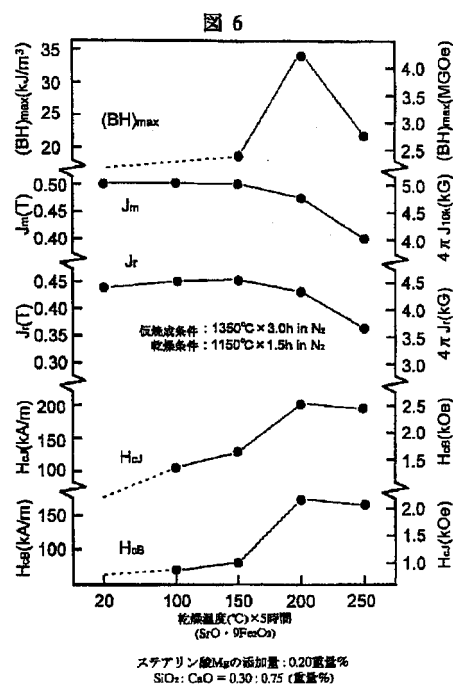
【図4】



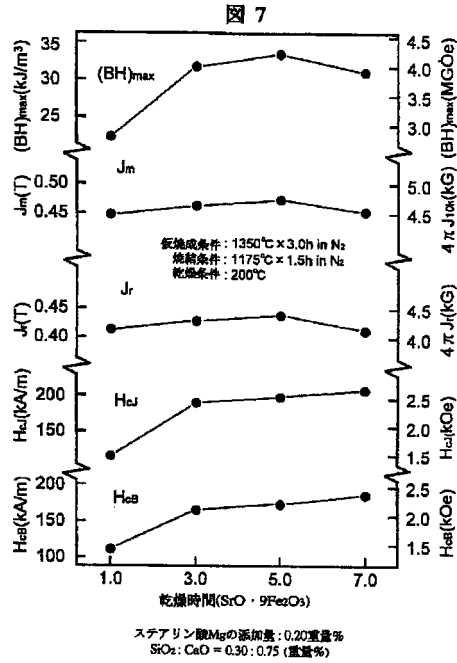
【図5】



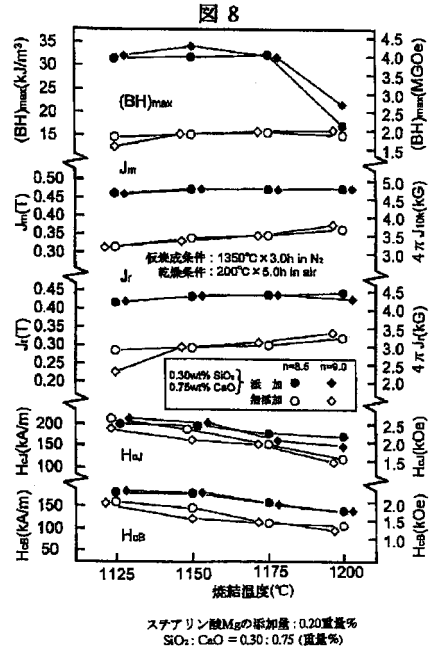
【図6】



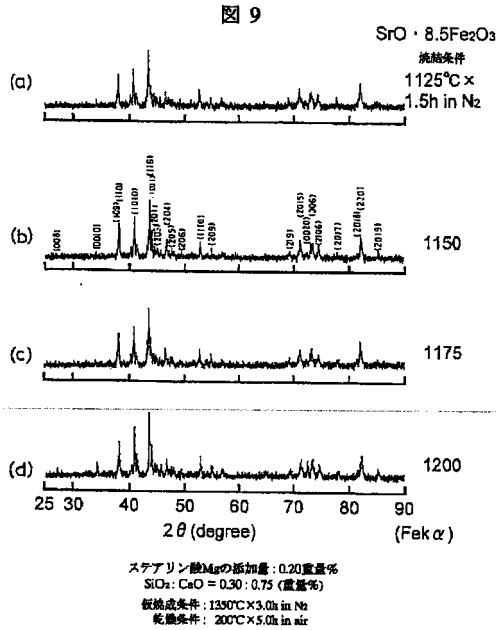
【図7】



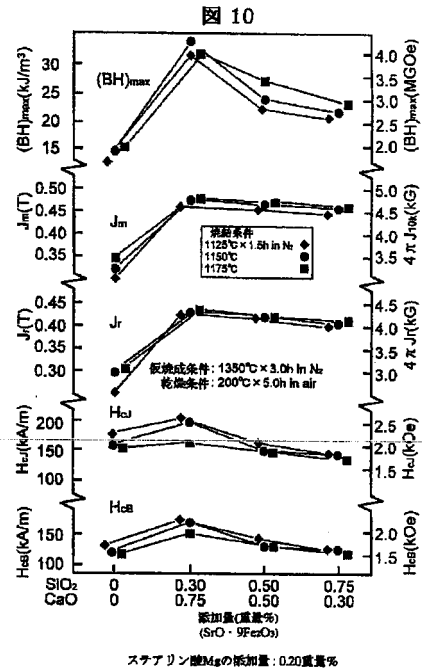
【図8】



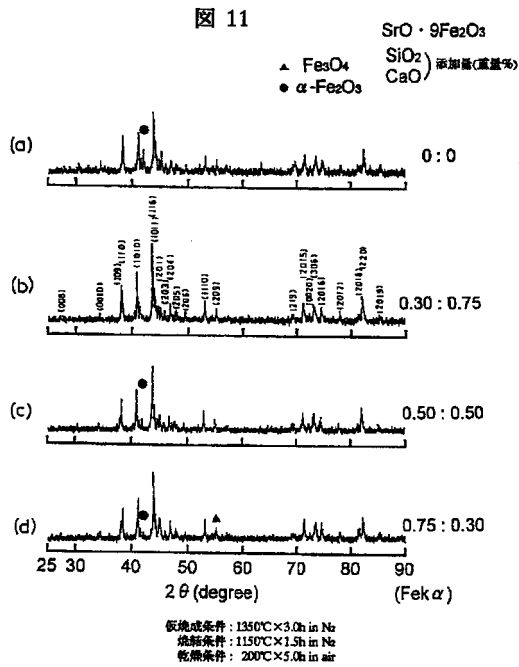
【図9】



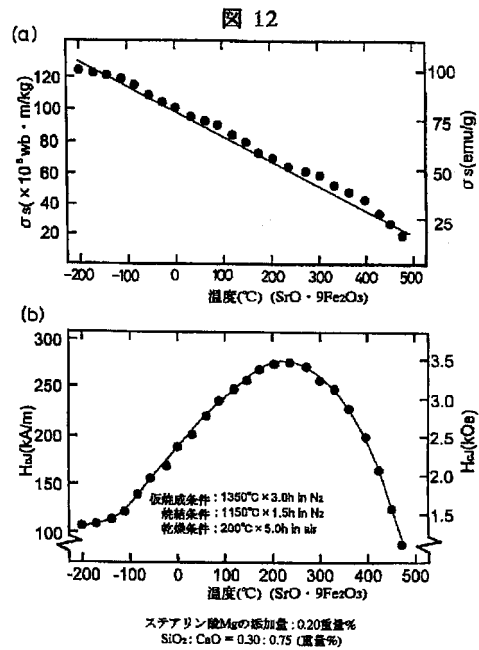
【図10】



【図11】



【図12】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

C 04 B 35/26

H 01 F 1/11

識別記号

F I

C 04 B 35/26

H 01 F 1/11

テーマコード(参考)

F

B

(72)発明者 緒方 安伸

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料研究所内

F ターム(参考)

4G018 AA01 AA09 AA39 AC01 AC07
4K017 AA06 BA10 BB18 CA07 DA04
EA03
4K018 AA24 AB01 AC01 BA13 BB04
BC13 BD01 CA04 DA21 KA45
5E040 AB04 AB09 BB01 BD01 CA01
HB00 HB01 HB03 HB06 NN02
5E062 CC02 CD01 CE04 CF02 CG02